

⑯ BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑯ Offenlegungsschrift

⑯ DE 3839017 A1

⑯ Int. Cl. 5:

C 11 B 3/14

B 01 D 3/38

⑯ Aktenzeichen: P 38 39 017.5  
⑯ Anmeldetag: 18. 11. 88  
⑯ Offenlegungstag: 23. 5. 90

DE 3839017 A1

⑯ Anmelder:

Henkel KGaA, 4000 Düsseldorf, DE

⑯ Erfinder:

Jeromin, Lutz, Dr., 4010 Hilden, DE; Johannsbauer, Wilhelm, Dr., 4006 Erkrath, DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑯ Verfahren zum destillativen Abtrennen unerwünschter Bestandteile natürlicher Fette/Öle und ihrer Derivate

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum destillativen Abtrennen unerwünschter Bestandteile natürlicher Fette/Öle und ihrer Derivate mittels Stripdampf. Um trotz einer geringen Verweilzeit der fettchemischen Stoffe bei höheren Temperaturen einen relativ hohen Durchsatz zu erzielen, wird vorgeschlagen, daß das Ausgangsprodukt zunächst von einem Kurzzeitvorwärmer auf die gewünschte Temperatur gebracht wird und erst dann in einer Destillationskolonne gedämpft wird, ohne daß das Ausgangsprodukt in der Kolonne wesentlich erhitzt wird.

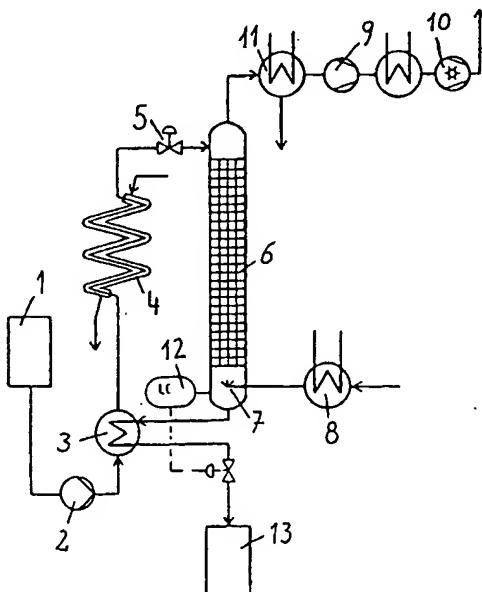


Fig. 1

DE 3839017 A1

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum destillativen Abtrennen unerwünschter Bestandteile natürlicher Fette/Öle und ihrer Derivate mittels Stripdampf.

5 Natürliche Fette und Öle sowie daraus hergestellte Produkte, zum Beispiel langkettige Alkohole und Ester, können unerwünschte Geruchs-, Geschmacks- und Farbstoffe enthalten. Wenn diese Stoffe einen höheren Dampfdruck als die Hauptkomponenten haben, können sie durch Dämpfen oder destillatives Entwässern entfernt werden. Üblicherweise werden fettchemische Stoffe durch eine Wasserdampfdestillation aufbereitet und desodoriert. Dabei wird in den in einer Destillationsblase sich befindenden fettchemischen Stoff Wasserdampf direkt 10 eingeblasen. Das für die Destillation notwendige Erhitzen des fettchemischen Stoffes findet also in einer Destillationsblase statt. Nach der Kondensation des Dampfes trennen sich im Dekantiergefäß zwei flüssige Phasen. (Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie, 4. Auflage, 1976, Band 2, Seite 513).

15 Da die abzutrennenden Stoffe aus einer dicken Flüssigkeitsschicht, zum Beispiel innerhalb einer Destillationsblase, abzutrennen sind, arbeiten konventionelle Desodoriereinrichtungen mit relativ langen Verweilzeiten. Diese führen insbesondere bei höheren Temperaturen leicht zu thermischen Schädigungen der fettchemischen Produkte.

Es sind zwar Desodoriereinrichtungen bekannt, bei denen Fallfilm- oder Dünnsschichtverdampfer verwendet werden, die mit den gewünschten kurzen Verweilzeiten arbeiten. Diese Geräte sind jedoch bezogen auf ihren Durchsatz sehr teuer.

20 Zum Stand der Technik wird noch genannt: Zeitschrift "Fette, Seifen, Anstrichmittel", 1968, S. 589 bis 596 und 1986, S. 217 bis 223.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren der eingangs genannten Art zu entwickeln, welches bei einem relativ hohen Durchsatz nur eine geringe Verweilzeit der fettchemischen Stoffe bei höheren Temperaturen erfordert.

25 Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß bei einem Verfahren der eingangs genannten Art dadurch gelöst, daß das Ausgangsprodukt zunächst von einem Kurzzeitvorwärmer auf die gewünschte Temperatur gebracht wird und erst dann in einer Destillationskolonne gedämpft wird, ohne daß das Ausgangsprodukt in der Kolonne wesentlich erhitzt wird. Erfindungsgemäß wird also das für die Destillation notwendige Erwärmen und Verdampfen räumlich und zeitlich getrennt vorgenommen. Dies ist möglich, da im allgemeinen nur geringe Mengen 30 an unerwünschten Bestandteilen abzudestillieren sind und die dafür erforderliche Wärme ohne eine schädliche Überhitzung schon vor der eigentlichen Desodoriereinrichtung, also der Destillationskolonne aufgebracht werden kann. Die relativ geringe erforderliche Wärme kann von dem Kurzzeitvorwärmer geliefert werden. Dagegen wird der relativ hohe Durchsatz dadurch erreicht, daß die unerwünschten Bestandteile nicht im Kurzzeitvorwärmer, sondern in einer Destillationskolonne abdestilliert werden.

35 Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren kann das destillative Abtrennen der unerwünschten Bestandteile dadurch optimiert werden, daß nicht nur die Temperatur, der Druck- und die Stripdampf-Konzentration, sondern auch die Stofftransportbedingungen, nämlich Verweilzeit und Flüssigkeitsschichtdicke unabhängig voneinander und optimal einstellbar sind.

40 Dies ist besonders wichtig bei der destillativen Abtrennung von Stoffen, die in sehr niedriger Konzentration vorliegen, beziehungsweise die auf eine sehr niedrige Konzentration von zum Beispiel unter 10 ppm gebracht werden sollen. In solchen Fällen sind neben dem thermodynamischen Gleichgewicht von Dampf und Flüssigkeit auch die Bedingungen für den Stofftransport der abzutrennenden Stoffe durch die Flüssigkeit entscheidend für die Reinheit des Produktes. Da sich das erfindungsgemäße Verfahren für solche Fälle besonders gut eignet, wird weiterhin vorgeschlagen, daß der Anteil der unerwünschten Bestandteile höchstens 5 Gewichtsprozent des 45 aufzubereitenden fettchemischen Produktes beträgt. Damit wird auch die Überhitzung des Produktes zum Verdampfen der unerwünschten Begleitstoffe gering gehalten, nämlich auf 5 bis 10°C.

50 Besonders hohe Durchsätze lassen sich beim erfindungsgemäßen Verfahren erzielen, wenn als Destillationskolonne eine gepackte Füllkörperkolonne verwendet wird.

Die optimalen Bedingungen zum Durchführen des Verfahrens wurden durch zahlreiche Versuche ermittelt. Daher wird zum einen vorgeschlagen, daß das Ausgangsprodukt im Kurzzeitvorwärmer auf eine Temperatur zwischen 150 und 230°C erhitzt wird, und zum anderen, daß das destillative Abtrennen mit Unterdruck, insbesondere bei Drücken zwischen 1 und 10 mbar, vorgenommen wird. Als optimal hat sich ebenfalls herausgestellt, wenn als Stripdampf 1 bis 5 Gewichts % Wasserdampf oder Stickstoff, bezogen auf das fettchemische Produkt, im Gegenstrom verwendet wird. Wegen dieser geringen Stripdampfmenge sind hohe Flüssigkeitsbelastungen 55 der Kolonne, nämlich 10 bis 20 m<sup>3</sup>/m<sup>2</sup>h zu erreichen. Die Abmessungen der Kolonne sind dabei vergleichsweise klein im Vergleich zu Desodoriereinrichtungen, die ausschließlich aus Fallfilm- oder Dünnsschichtverdampfern bestehen.

60 Damit eine Kondensation der abgetrennten dampfförmigen Begleitstoffe innerhalb der Destillationskolonne vermieden wird, wird weiterhin vorgeschlagen, daß der Stripdampf bei Eintritt in die Kolonne etwa die gleiche Temperatur wie das fettchemische Produkt aufweist.

65 Da für den Erfolg der Abtrennung, insbesondere bei niedrigen Konzentrationen der unerwünschten Bestandteile, nicht nur das Gleichgewicht zwischen Dampf und Flüssigkeit, sondern auch die Zeit wichtig ist, in der sich das Gleichgewicht einstellen kann, wird vorgeschlagen, daß das fettchemische Produkt am Kopf der Kolonne auf eine möglichst große Packungsüberfläche verteilt wird. Damit werden kleine Filmdicken und kurze Stofftransportzeiten erzielt.

70 Damit trotz großer Packungsüberfläche der Druckverlust der Packung klein bleibt, der durch die im Gegenstrom befindlichen Flüssigkeits- und Gasströme verursacht wird, wird vorgeschlagen, daß für die Kolonne eine regelmäßige Packung mit einer Oberfläche zwischen 250 und 600 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup> und einem Druckverlust von höchstens

1 mbar/m verwendet wird.

Damit das aus der Kolonne abgezogene gereinigte Produkt bei Kontakt mit Luftsauerstoff in der Vorlage nicht geschädigt wird, wird weiterhin vorgeschlagen, daß das aus der Kolonne abgezogene gereinigte Produkt insbesondere in einem zum Vorwärmen des noch nicht gereinigten Ausgangsprodukts verwendeten Gegenstrom-Wärmeaustauscher gekühlt wird.

Ferner wird vorgeschlagen, daß das Verfahren kontinuierlich durchgeführt wird.

Mehrere Ausführungsbeispiele der Erfindung werden im folgenden anhand der einzigen Zeichnung und der Tabelle näher beschrieben.

Fig. 1 zeigt ein Fließschema einer Anlage, mit dem das erfundungsgemäße Verfahren durchführbar ist. Das zu entsäuernde oder zu desodorierende Produkt wird aus einer ersten Vorlage 1 über eine Pumpe 2 zu einem ersten Wärmeaustauscher 3 gefördert, in dem das zu reinigende Produkt vorgewärmt wird. Nach der Vorwärmung fließt das Produkt durch einen Kurzzeitvorwärmer, der hier als Spitzenerhitzer 4 ausgebildet ist. Im Spitzenerhitzer wird durch die Wahl einer hohen Strömungsgeschwindigkeit sowohl ein guter Wärmeübergang als auch eine kurze Verweilzeit erreicht und das Produkt auf die gewünschte Temperatur erhitzt, bei der die Destillation stattfinden soll. Diese Temperatur ist abhängig von der Zusammensetzung des Produkts, dem Druck in der nachfolgenden Kolonne und dem Verhältnis von Stripdampf- zu Zulaufmenge.

Über ein Ventil 5 fließt das Produkt nach dem Austritt aus dem Spitzenerhitzer 4 auf den Kopf einer gepackten Füllkörperkolonne 6 und wird mit einem handelsüblichen Flüssigkeitsverteiler möglichst regelmäßig auf die Kolonnenpackung verteilt. Im Ausführungsbeispiel handelt es sich um eine regelmäßige Kolonnenpackung vom Typ Mellapak der Firma Sulzer.

Über einen Verteiler 7 im Kolonnensumpf wird Stripdampf eingeblasen, der vorher von einem zweiten Wärmeaustauscher 8 auf nahezu die Temperatur des Produkts innerhalb der Kolonne 6 erhitzt worden ist.

Die Kolonne 6 wird unter Vakuum betrieben, daß von einer Vakuumpumpe 9 und einer Vorvakuumpumpe 10 aufrechterhalten wird. Diese Pumpen sind an den Kopf der Kolonne 6 angeschlossen, so wie es in Fig. 1 dargestellt ist. Der Vorlauf und die unerwünschten Bestandteile werden an einem zwischen dem Kopf der Kolonne und der Vakuumpumpe 9 angeordneten dritten Wärmeaustauscher 11 kondensiert und abgezogen. Das gereinigte Produkt verläßt die Kolonne 6 über eine Füllstandsregelung 12 und wird im Gegenstrom-Wärmeaustauscher 3 abgekühlt. Danach wird das gereinigte Produkt in einer zweiten Vorlage 13 gesammelt.

Die nachfolgende Tabelle zeigt einige Ausführungsbeispiele, die erfundungsgemäß mit der in Fig. 1 dargestellten Anlage durchgeführt worden sind. Dabei gibt DN den Durchmesser der Kolonne in Millimetern und H deren Höhe an. EO steht für Ethylenoxid.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Stoff	Ziel	Kolonne	Druck (mbar)	Feedtemp. am Kopf der Kolonne (°C)	Zusammen- setzung des Schleppmittels (Stripdampf) (%) vor dem Einsatz	Flüssigkeits- Belastung d. Kolonne pro Kolonnen- querschn. (m <sup>3</sup> /m <sup>2</sup> h)
Caprinsäuretriglycerid	Verbesserung d. Farbe Geruchs Geschmacks	DN 70 H = 3 m Sulzer BX	7	130	H <sub>2</sub> O 4,0 N <sub>2</sub> 2,5	0,84
Caprinsäuretriclycerid	Verbesserung d. Farbe Geruchs Geschmacks	DN 320 H = 4 m Sulzer Mellapak	5	205	H <sub>2</sub> O 0,5 N <sub>2</sub> 0,25	2,5
Ester aus Talg-Fettsäure oder Ölsäure mit Oleyl-Cetylalkohol	Verbesserung d. Farbe Geruchs Geschmacks	DN 320 H = 4 m Sulzer Mellapak	5	222 2,0	H <sub>2</sub> O 1,1	1,7
Isopropylmyristat	Verbesserung d. Geruchs	DN 320 H = 3 m Sulzer BX	7	105	H <sub>2</sub> O 7,0	1,2
Ölsäuredecylester	Verbesserung d. Geruchs	DN 320 H = 4 m VA-Pallringe 25 × 25	50	150	H <sub>2</sub> O 10,0	1,4
2-Octyldodecanol (Guerbetalkohol)	Verbesserung d. Geruchs	DN 320 H = 4 m VA-Pallringe 25 × 25	10	110	H <sub>2</sub> O 2,5	2,8
Triacetin (Essigsäure-Glycerin-Ester)	Abtrennung d. Essigsäure	DN 320 H = 4 m VA-Pallringe	4	110	H <sub>2</sub> O 0,6 oder N <sub>2</sub> 0,3	10,4
Ethylhexansäure + 5 EO	Reduzierung von EO, Dioxan (<1 ppm)	DN 80 H = 4 m Sulzer BX	5	85	H <sub>2</sub> O 2	12
Oleyoleat	Verbesserung d. Geruchs	DN 80 H = 4 m Sulzer BX	6	170	H <sub>2</sub> O 1	20
Ölsäuretriglycerid	Verbesserung d. Geruchs	DN 80 H = 4 m Sulzer BX	6	180	H <sub>2</sub> O 1,5	12

Stoff	Ziel	Kolonne	Druck (mbar)	Feedtemp. am Kopf der Kolonne (°C)	Zusammen- setzung des Schleppmittels (Stripdampf) (%) vor dem Einsatz	Flüssigkeits- Belastung d. Kolonne pro Kolonnen- querschn. (m <sup>3</sup> /m <sup>2</sup> h)
Triolein	Entsäuerung, Säurezahl SZ < 1	DN 320 H = 4 m Sulzer BX	5	200	H <sub>2</sub> O 2,0	1,4
Ölsäuredecylester	Verbesserung d. Geruchs	DN 1000 H = 6 m VA-Palringe 50 x 50	50	100	H <sub>2</sub> O 10	1,4

## Patentansprüche

1. Verfahren zum destillativen Abtrennen unerwünschter Bestandteile natürlicher Fette/Öle und ihrer Derivate mittels Stripdampf, dadurch gekennzeichnet, daß das Ausgangsprodukt zunächst von einem Kurzzeitvorwärmer auf die gewünschte Temperatur gebracht wird und erst dann in einer Destillationskolonne gedämpft wird, ohne daß das Ausgangsprodukt in der Kolonne wesentlich erhitzt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil der unerwünschten Bestandteile höchstens 5 Gewichtsprozent des aufzubereitenden fettchemischen Produkts beträgt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß als Destillationskolonne eine gepackte Füllkörperkolonne verwendet wird.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Ausgangsprodukt im Kurzzeitvorwärmer auf eine Temperatur zwischen 150 und 230°C erhitzt wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das destillative Abtrennen mit Unterdruck, insbesondere bei Drücken zwischen 1 und 20 mbar, vorgenommen wird.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß als Stripdampf 1 – 5 Gew.-% Wasserdampf oder Stickstoff, bezogen auf das fettchemische Produkt, im Gegenstrom verwendet wird.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Stripdampf bei Eintritt in die Kolonne etwa die gleiche Temperatur wie das fettchemische Produkt aufweist.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß das fettchemische Produkt am Kopf der Kolonne auf eine möglichst große Packungsoberfläche verteilt wird.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß für die Kolonne eine regelmäßige Packung mit einer Oberfläche zwischen 250 und 600 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup> und einem Druckverlust von höchstens 1 mbar/m verwendet wird.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß das aus der Kolonne abgezogene gereinigte Produkt insbesondere in einem zum Vorwärmen des noch nicht gereinigten Ausgangsprodukts verwendeten Gegenstrom-Wärmeaustauscher gekühlt wird.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß das Verfahren kontinuierlich durchgeführt wird.

30

---

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

35

40

45

50

55

60

65

**BEST AVAILABLE COPY**

— Leerseite —

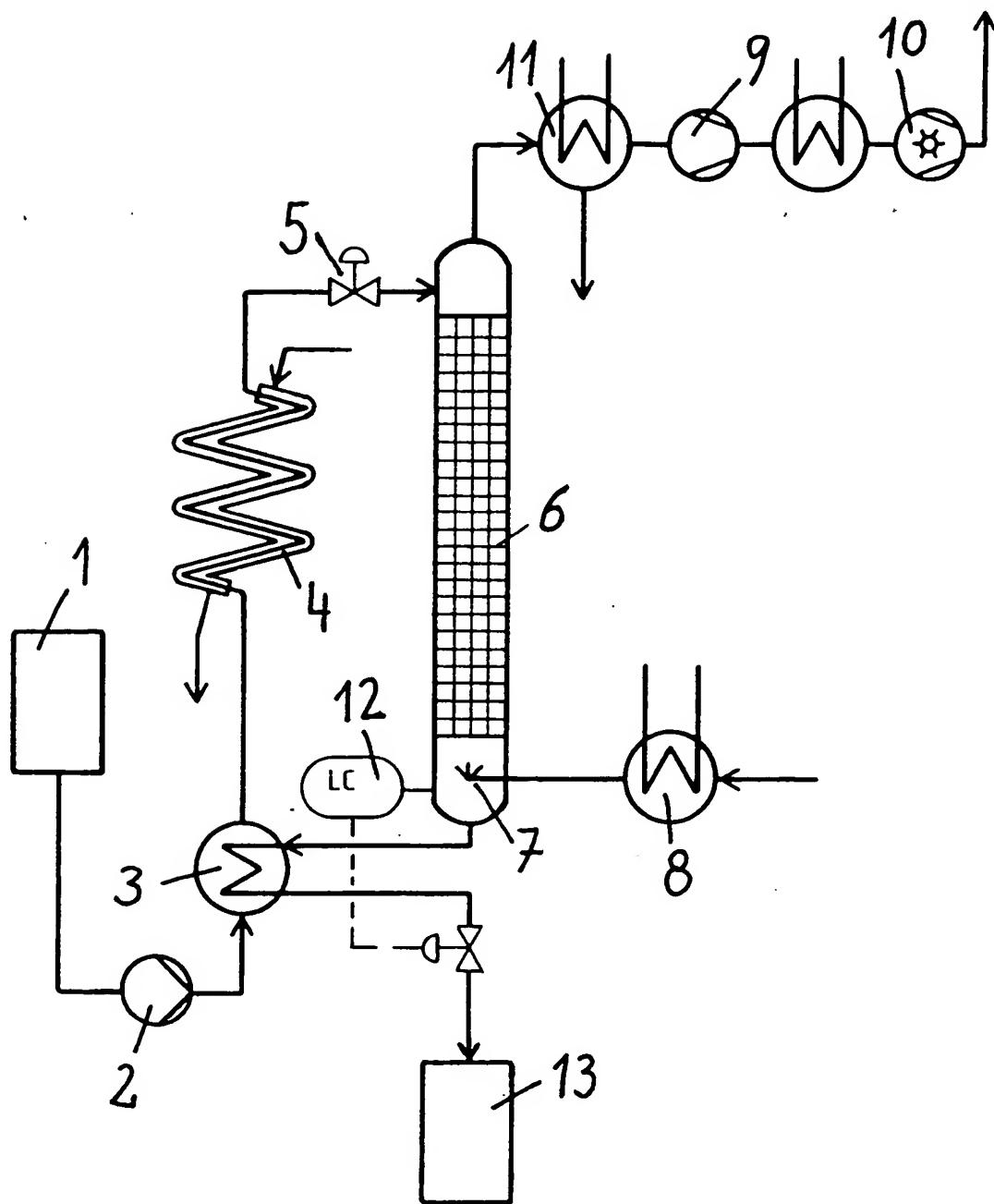


Fig. 1